

XP-002245064

L2 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYR

1984:175546 CAPLUS

100:175546

Purification of atactic polypropylene

Mitsui Toatsu Chemicals, Inc., Japan

Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 3 pp.

CODEN: JKXXAF

Patent

Japanese

C08F010-06; C08F006-00

35-4 (Chemistry of Synthetic High Polymers)

IN.CNT 1

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
------------	------	------	-----------------	------

JP 59011308	A2	19840120	JP 1982-119706	19820712 <--
JP 62000165	B4	19870106		
JP 1982-119706		19820712		

3 Atactic polypropylene (I) [9003-07-0] contg. relatively large amts. of C: compds. (catalyst residues) is treated with >0.5 part hydrotalcite/part C: at .gtoreq.100.degree. to remove Cl as infusible ppts. Thus, 100 g I contg. 1.2% Cl and 3 g hydrotalcite were stirred 30 min at 160.degree. and settled for 2 h to give a clear melt contg. 450 ppm Cl and 0.5% ash.

F polypropylene chlorine removal hydrotalcite; catalyst residue removal polypropylene

F 12304-65-3

RL: USES (Uses)

(chlorine removal by, from polypropylene)

T 9003-07-0P

RL: PREP (Preparation)

(chlorine removal from, by hydrotalcite)

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—11308

⑤ Int. Cl.³
C 08 F 10/06
6/00

識別記号

庁内整理番号
7823—4 J
7445—4 J

④ 公開 昭和59年(1984)1月20日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ アタクチックポリプロピレンの精製方法

⑯ 発明者 内川進隆

高石市東羽衣六丁目3番2号

⑰ 特 願 昭57—119706

⑰ 出 願 人 三井東圧化学株式会社

⑱ 出 願 昭57(1982)7月12日

東京都千代田区霞が関3丁目2

⑲ 発明者 浅沼正

番5号

高石市取石三丁目4番1号

⑳ 代理人 弁理士 山下穰平 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 アタクチックポリプロピレン
の精製方法

2. 特許請求の範囲

- 1) 触媒残渣として塩素分を比較的多量に含有するアタクチックポリプロピレンを処理して腐食性のないアタクチックポリプロピレンを得る方法において、塩素1g当りハイドロタルサイト類を0.5g以上の割合でアタクチックポリプロピレンに添加して100℃以上の温度で接触処理を行ない、次いでアタクチックポリプロピレンから不溶部分を分離除去することを特徴とする、アタクチックポリプロピレンの精製方法。
- 2) 上記接触処理がアタクチックポリプロピレンの軟化点以上の温度で行われる特許請求の範囲第1項の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は比較的多量の触媒残渣を含有する粗アタクチックポリプロピレンから触媒残渣

を除去する方法に関する。

立体規則性ポリプロピレン又は他のオレフィンとプロピレンの共重合体を製造する際に副生するいわゆるアタクチックポリプロピレンは立体規則性のポリマーの物性を損ねるため製品のポリマーから除去される。塩素含有触媒を用いて重合により立体規則性ポリマーを得る方法に於て、通常の溶媒法では、ポリマースラリーをアルコール、水等で処理して触媒残渣を除去した後製品のポリマーが不溶部として得られる。又可溶部としてアタクチックポリプロピレン溶液が得られ、次いで溶媒を蒸発除去して得られるアタクチックポリプロピレンは塩素としては100～300 ppm、場合によつては50 ppm以下のものが得られる。しかしながら近來の触媒性能の向上によつて、生成ポリマースラリー中の触媒残渣の除去法が簡略化され、単に触媒残渣を溶媒に可溶化するだけで水洗を行うことなく、溶媒から濾過などの方法で分離することによ

つて製品を得ることが可能となつている。

又プロピレン自身を媒体とする重合方法に於ては、触媒当りのポリマーの取れ高が比較的大きいため触媒残渣をプロピレンに可溶化した後ろ過などによつて媒体から分離することによつてプロピレン不溶部として製品を得ることができる。上記の方法では製品中の触媒残渣を少なくすることは可能であるが、一方分離後のアタクチックポリプロピレンの媒体溶液中には、触媒残渣が濃縮されて存在することになるため、単にこの媒体を蒸発除去するだけでは得られたアタクチックポリプロピレン中の触媒残渣が非常に多くなる。

アタクチックポリプロピレンは、他の樹脂とのブレンド素材として或は接着剤等に用いられるが、多量の塩素を含有するものでは、その腐食性のために用途が限定されるので、腐食性のない比較的不純物のないアタクチックポリプロピレンを得る方法が望まれている。

本発明者らは比較的塩素含有量の多いアタ

(3)

本発明の方法が適用されるアタクチックポリプロピレンについては特に制限はないが、135℃、テトラリン溶液で測定した極限粘度数が0.05～5.0、好ましくは0.1～3.0でありプロピレンの他にエチレン、ブテン、ブタジエン、イソプロピレン等のコモノマーを含有していてもよい。含有する触媒残渣は塩素分を比較的多量、例えば1000 ppm以上含有し、灰分としては1000～5000 ppm程度含有するものである。

接触処理に用いられるハイドロタルサイト類は一般式 $M_{1-x}Al_x(OH)_2 \cdot A_x \cdot mH_2O$ (式中Aは2価のアニオンを示し、 $0 < x \leq 0.5$, $m \geq 0$) で表わされる。Aは通常 CO_3^{2-} 又は SO_4^{2-} であり好ましくは CO_3^{2-} である。

ハイドロタルサイト類の使用割合は塩素1gに対して0.5g以上、好ましくは1～5gであり、0.5g未満では耐腐食性が劣り、又多くても耐腐食性の効果はほとんど変わらない。

接触処理の温度は100℃以上でその好ま

(5)

クチックポリプロピレンを処理し腐食性のないアタクチックポリプロピレンを得る方法について検討した結果、特定の処理方法を行うことによつて極めて簡単に腐食性のないアタクチックポリプロピレンを得ることが可能であることを見出し本発明を完成した。

本発明の目的は比較的多量の塩素を含有するアタクチックポリプロピレンを処理して腐食性のないアタクチックポリプロピレンを提供することにある。

本発明は、触媒残渣として塩素分を比較的多量に含有するアタクチックポリプロピレンを処理して腐食性のないアタクチックポリプロピレンを得る方法に於て塩素1gに対してハイドロタルサイト類を0.5g以上の割合でアタクチックポリプロピレンに添加して100℃以上の温度で接触処理を行ない、次いでアタクチックポリプロピレンから不溶部を分離除去することの特徴とするアタクチックポリプロピレンの精製方法に関する。

(4)

しい温度はアタクチックポリプロピレンの性状によつて異なるが通常は環球法で求めた軟化点以上である。接触処理はできるだけ良い接触を行うのが好ましく、強い攪拌手段を用いるのがよい。接触時間は前述の接触手段及びアタクチックポリプロピレンの粘度によつて適当な時間に設定されるべきである。

次いで上記の接触処理を行つたアタクチックポリプロピレンから不溶部が分離除去される。この分離はろ過、デカンテーション等の公知の方法が可能である。

上記の操作によつて耐腐食性の良いアタクチックポリプロピレンを得ることが可能であり工業的意義が大である。

以下に実施例を示し本発明をさらに詳細に説明する。

実施例及び比較例に於て発生塩酸はポリマーを10g、100mlのフラスコに取り、250℃に保つて発生する塩酸又は塩素を窒素で同伴して水に吸収させ、吸収されたCl

(6)

オンを定量し測定した。

腐食性は $2\text{ cm} \times 10\text{ cm}$ のみがいた銅板を内径 3 cm の試験管に入れアタクチックポリプロピレンを 30 g 入れ空気中で 200°C で 10 時間加熱し銅板の腐食度を目視で判定する。塩素含量 10 ppm 、発生塩酸 3 ppm のアタクチックポリプロピレンを 1 とし処理前のアタクチックポリプロピレン（塩素含量 $1.2\text{ wt}\%$ 、発生塩酸 400 ppm のもの）を 5 とし、 5 段階で評価した。

実施例 1、2；比較例 1、2：

塩素含量 $1.2\text{ wt}\%$ のアタクチックポリプロピレン（ホモポリプロピレンで極限粘度数 0.23 ） 100 g を用いて第 1 表に示す添加剤を加えて 160°C で 30 分間攪拌しながら処理し 160°C で 2 時間静置し透明な上部を取り出し、得られた処理済のアタクチックポリプロピレンを用いて発生塩酸及び腐食性、及び灰分を測定した。

比較例 1 は対比のため処理前のアタクチック

(7)

クポリプロピレンについての結果を示す。

第 1 表

実験番号	添加物	塩素含量 ppm	腐食性	発生塩酸 ppm	全灰分 %
実施例 1	$M_{60.75}A_{40.25}(\text{OH})_2 (\text{CO}_2)_{0.25} \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ 3	450	1	8	0.5
実施例 2	$M_{60.75}A_{40.25}(\text{OH})_2 (\text{CO}_2)_{0.25} \cdot 0.3\text{H}_2\text{O}$ 3	550	1	6	0.3
比較例 1	—	12,000	5	400	2.5
比較例 2	$M_2(\text{OH})_2$ 3	10,200	2	15	4.5

(8)